

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 62-094813

(43)Date of publication of application : 01.05.1987

(51)Int.Cl.

G02B 21/02  
// C08K 5/01  
C08K 5/05  
C08L 23/00  
C08L 47/00  
C08L 91/06  
G02B 21/00

(21)Application number : 60-233344

(71)Applicant : IDEMITSU PETROCHEM CO LTD

(22)Date of filing : 21.10.1985

(72)Inventor : TANAKA TOSHIHIRO

## (54) IMMERSION OIL FOR MICROSCOPE

## (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain an immersion oil for a microscope which is odorless and has no toxicity to the human body by selecting at least one kind from specified compds. and compounding the same with a liquid diene polymer which is added with water or steam and is subjected to a thin film evaporation treatment.

CONSTITUTION: The immersion oil for the microscope is manufactured by compounding at least one kind of the compd. selected from halogenated paraffin, liquid olefin polymer, liquid satd. hydrocarbon, aliphatic satd. alcohol, alicyclic alcohol, and ester to the liquid diene polymer which is added with water or steam and is subjected to the thin film evaporation treatment. Such immersion oil is odorless and can eliminate toxicity to the human body when such oil is used.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-94813

⑤ Int. Cl. <sup>4</sup>	識別記号	庁内整理番号	④ 公開	昭和62年(1987)5月1日
G 02 B 21/02		8106-2H		
// C 08 K 5/01				
5/05				
C 08 L 23/00				
47/00	L K J	A-6714-4J		
91/06	L K D	A-6845-4J		
G 02 B 21/00		7370-2H	審査請求	未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑬ 発明の名称 顕微鏡用液浸油

⑭ 特 願 昭60-233344

⑮ 出 願 昭60(1985)10月21日

⑯ 発 明 者 田 中 逸 啓 下松市生野屋時宗1260の7番地

⑰ 出 願 人 出光石油化学株式会社 東京都千代田区丸の内3丁目1番1号

⑱ 代 理 人 弁理士 久保田 藤郎

明 細 書

1. 発明の名称

顕微鏡用液浸油

2. 特許請求の範囲

(1) 水または水蒸気を添加して薄膜蒸発処理した液状ジエン系重合体に、(A) ハロゲン化パラフィン、(B) 液状オレフィン重合体、(C) 液状飽和炭化水素、(D) 脂肪族飽和アルコール、(E) 脂環式アルコールおよび(F) エステルのうちから選ばれた少なくとも1種の化合物を配合してなる顕微鏡用液浸油。

(2) 液状ジエン系重合体が、液状ポリブタジエン、液状ポリイソブレンおよび液状クロロブレンのうちから選ばれたものである特許請求の範囲第1項記載の液浸油。

(3) ハロゲン化パラフィンが、塩素化パラフィンある特許請求の範囲第1項記載の液浸油。

(4) 液状オレフィン重合体が、ポリエチレン、ポリプロピレンおよびポリブテンのうちから選ばれたものである特許請求の範囲第1項記載の液浸

油。

(5) 液状飽和炭化水素が、ペンタン、ヘキサン、ヘプタン、オクタン、ノナンおよび流動パラフィンのうちから選ばれたものである特許請求の範囲第1項記載の液浸油。

(6) 脂肪族飽和アルコールが、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、ペンタノール、ヘキサノール、ヘプタノールおよびオクタノールのうちから選ばれたものである特許請求の範囲第1項記載の液浸油。

(7) 脂環式アルコールが、シクロブタノール、シクロペンタノール、シクロヘキサノール、シクロヘプタノール、シクロオクタノール、シクロノナール、シクロデカノール、シクロウンデカノール、シクロドデカノール、トリシクロデカノール、トリシクロドデカノール、トリシクロデセノールおよびトリシクロドデセノールのうちから選ばれたものである特許請求の範囲第1項記載の液浸油。

(8) エステルが、カルボン酸エステルである特

許請求の範囲第1項記載の液浸油。

(9) カルボン酸エステルが、酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸ジシクロペンチルおよびセバシン酸ジオクチルのうちから選ばれたものである特許請求の範囲第8項記載の液浸油。

### 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は顕微鏡用液浸油に関し、詳しくは無臭性で、特に螢光顕微鏡用として好適な液浸油に関する。

(従来技術および発明が解決しようとする問題点)

顕微鏡の倍率を高める方法のひとつとして対物レンズの開口数を大きくする液浸法がある。この場合に用いる液浸油としてはグリセリン、シリコン油、ポリ塩化ビフェニルを主剤とするものが知られている。しかしながら、グリセリンは吸湿性があり屈折率も低く、シリコン油は高粘度であり屈折率が低いという欠点がある。また、ポリ塩化ビフェニルは人体に有害であるという欠点がある。

(F) エステルの中から選ばれた少なくとも1種の化合物を配合してなる顕微鏡用液浸油を提供するものである。

本発明に用いる液状ジエン系重合体としては、液状ポリブタジエン、液状ポリイソブレン、液状ポリクロロブレンなどがあり、数平均分子量500～20000、特に1000～15000のものが好適である。これら液状ジエン系重合体は水酸基やカルボキシル基等の官能基を有していてもよい。これらの中では液状ポリブタジエンが特に好ましい。

本発明では上記液状ジエン系重合体に水または水蒸気を添加して薄膜蒸発処理して用いる。

この薄膜蒸発処理の諸条件は特に制限はないが、通常は温度0～300℃、好ましくは100～150℃、真空度0～700mmHg、好ましくは5～20mmHg、滞留時間0.5～20分間、好ましくは1～5分間である。

該薄膜蒸発処理の装置としては通常、フィルムエバポレーター等の薄膜蒸発器が使用できる。

本出願人は、このような欠点のない顕微鏡用液浸油として液状ジエン系重合体に特定の化合物を配合した顕微鏡用液浸油(特願昭59-126392号、同60-154335号)を開発した。この顕微鏡用液浸油は液浸油として要求される諸性能をほぼ満足するものの、若干の臭気を有し、そのため不快感を与える場合があった。

(問題点を解決するための手段)

そこで本発明者は、上記のような欠点がない無臭性の液浸油を開発すべく検討を重ねた結果、臭気の原因が液状ジエン系重合体に含まれる低沸点成分(液状ジエン系重合体の製造工程に由来する)にあると推測し、該重合体を薄膜蒸発処理することにより臭気を除去できることを見出した。本発明はかかる知見に基づいて完成した。

すなわち本発明は、水または水蒸気を添加して薄膜蒸発処理した液状ジエン系重合体に、(A) ハロゲン化パラフィン、(B) 液状オレフィン重合体、(C) 液状飽和炭化水素、(D) 脂肪族飽和アルコール、(E) 脂環式アルコールおよび

次に、上記した薄膜蒸発器の1例を図面により説明するが、本発明はこの図面により制限を受けるものではない。第1図は本発明の実施例に用いる薄膜蒸発器の断面図である。

楕形のケーシングの内部に、これとわずかな間隙を保って回転する回転翼(平羽根)があり、この回転翼を有するローターは左右の軸受で支えられている。また、左右の軸受はダブルメカニカルシールとなっていて高真空操作が可能となっている。

原液はポンプにより原液入口から器内に供給され、回転軸の遠心力によって翼先端と胴体の間隙内に液膜を形成する。この液膜は回転翼によって攪拌されながら送入される液により押し出されるような形で伝熱面上を移動し、その間にジャケットの熱媒により低沸点成分が蒸発する。蒸発により生じた蒸気は翼と翼の間を通り蒸気出口へ導かれる。一方、低沸点成分の除かれた液状ジエン系重合体は下方の凝縮物出口へ導かれる。

このようにして薄膜蒸発処理した液状ジエン系

重合体に配合する化合物のうち(A)ハロゲン化パラフィンとしては種々のものが使用できるが、特に塩素化パラフィンが好ましい。該塩素化パラフィンとしては塩素含有量10~80重量%、好ましくは20~70重量%、酸価0.01~0.50 KOH<sub>mg</sub>/g、粘度0.5~40000ポイズ/25℃、比重1.100~1.800(25℃)、色度50~350(APHA)のものが好適である。

(B)液状オレフィン重合体としてはポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブテンなどがあり、数平均分子量は200~10000、好ましくは300~8000のものである。(C)液状飽和炭化水素としては各種のものを使用しうるが、ペンタン、ヘキサン、ヘプタン、オクタン、ノナン、流動パラフィンなどが好ましい。また、(D)脂肪族飽和アルコールとしてはメタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、ペンタノール、ヘキサノール、ヘプタノール、オクタノールなどが好適に用いられる。(E)脂環式アルコールと

してはシクロブタノール、シクロペンタノール、シクロヘキサノール、シクロヘプタノール、シクロオクタノール、シクロブテノール、シクロペンテノール、シクロヘキセノール、シクロヘプテノール、シクロオクテノール、トリシクロデカノール、トリシクロドデカノール、トリシクロデセノール、トリシクロドデセノールなどが好ましい。

(F)エステルについても各種のものを使用でき、飽和もしくは不飽和カルボン酸エステル(たとえば酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸ジシクロペンチル、マレイン酸メチル、マレイン酸エチル、フマル酸メチル、フマル酸エチルなど)やグリセリンエステル(トリエステル、ジエステル、モノエステル)等がある。これら化合物は単独で使用してもよく、2種以上を組合せて使用してもよい。

前記の薄膜蒸発処理した液状ジエン系重合体と上記の化合物を配合するにあたっては、光の分散性、屈折率、粘度などの性質が液浸油として適正なものとなるように配慮すべきである。まず、アッベ数で示される光の分散性については40~

58の範囲が適当であり、屈折率は1.4~1.6が適当である。さらに粘度については20~10000cSt(37.8℃)、好ましくは100~3500cSt(37.8℃)とすべきである。そのほか不乾性、低蛍光性、耐候性、耐食性、透明性、解像力、色収差などが良好であることも液浸油に要求される性質である。

上記の要求性能を満足させるため、液状ジエン系重合体100重量部に対して前記化合物を5~95重量部、好ましくは15~70重量部配合する。

本発明の顕微鏡用液浸油を調製するには、上記成分を配合し、10~100℃の温度で攪拌しながら十分に混合すればよい。

#### (発明の効果)

本発明の液浸油は基剤の液状ジエン系重合体を薄膜蒸発処理して用いているため、無臭であり、臭気による使用時の不快感がない。

さらに、本発明の液浸油は前記した要求性能のすべてを満足するものであり、人体に対する毒性

もない。また、蛍光の発生量が少ないので蛍光顕微鏡用に適している。

したがって、本発明の液浸油は顕微鏡用液浸油として光学工業等の分野で有用である。

#### (実施例)

次に、本発明を実施例により説明する。

##### 処理例1

液状ポリブタジエン(数平均分子量1600、粘度750cps/25℃)を第1図に示す薄膜蒸発器(間隙1.5mm、伝熱面0.1m<sup>2</sup>、4枚翼)を用いて第1表に示す条件にて薄膜蒸発処理した。

##### 処理例2

水酸基末端液状ポリブタジエン(数平均分子量2800、水酸基含量0.80meq/g)を第1図に示す薄膜蒸発器(処理例1と同じ)を用いて第1表に示す条件にて薄膜蒸発処理した。



第 1 表

	処 理 例	
	1	2
水／液状ジエン系重合体（重量比）	40／60	40／60
処理温度（℃）	115	115
真空度（mmHg）	10	10
流量（kg／hr）	25.3	17.0
蒸発量（kg／hr）	5.5	5.9
残量（kg／hr）	19.8	11.2
滞留時間（min）	1.4	2.0
線速度（m／cc）	10	10

実施例1～9および比較例1，2

第2表に示す化合物の所定量（重量部）を配合し、25℃にて10分間攪拌して液浸油を得た。この液浸油について各種性能の評価をした。結果を第2表に示す。

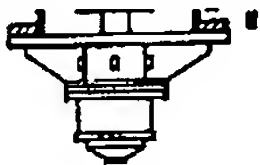
第 2 表

			実 施 例									比較例 <sup>a)</sup>	
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	1	2
顕微鏡用液浸油	液状ジエン系重合体	処理例1	100	100	100	100	100	100	100	100	—	100	—
		処理例2	—	—	—	—	—	—	—	—	100	—	100
	ハロゲン化パラフィン	塩素化パラフィン <sup>b)</sup>	—	—	—	—	66	20	—	20	22	66	22
	液状オレフィン重合体	液状ポリブテン <sup>c)</sup>	—	64	—	—	—	10	18	—	—	—	—
	液状飽和炭化水素	流動パラフィン <sup>d)</sup>	—	—	15	—	—	—	—	—	—	—	—
	脂肪族飽和アルコール	ヘプタノール	—	—	—	25	—	—	—	—	—	—	—
	脂環式アルコール	トリシクロデカノール	22	36	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	エステル	セバシン酸ジオクチル	—	—	—	—	—	—	—	10	—	—	—
		酢酸エチル	—	—	—	—	—	—	18	—	15	—	15
		酢酸ジシクロペンチル	61	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—

第 2 表 (つづき)

		実 施 例									比較例**	
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	1	2
評価	屈 折 率	1.515	1.515	1.515	1.515	1.515	1.515	1.515	1.515	1.515	1.515	1.515
	ア ッ ペ 数	4 4	4 5	4 1	4 4	4 3	4 2	4 2	4 2	4 2	4 2	4 2
	動 粘 度 cSt (25℃)	1050	2050	950	3150	420	510	570	460	460	400	500
	低 螢 光	○	○	◎	○	○	◎	◎	○	○	○	○
	不 乾 性	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	無 毒 性	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	外 観	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	耐 候 性	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	耐 食 性	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	コ ン ト ラ ス ト	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	解 像 力	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	色 収 差	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	透 明 度	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
	無 臭 性	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△	×

\* 1 . . . 薄膜蒸発処理しない液状ジエン系重合体  
\* 2 . . . 塩素化n-パラフィン、塩素含有量 59.3重量%, 酸価 0.08 KOH<sub>mg</sub>/g, 粘度 25.8ポイズ/25℃,  
比重 1.377 (25℃), 色度 70 (APHA)  
\* 3 . . . 数平均分子量 400  
\* 4 . . . 出光興産製「ダフニーオイルCP」  
\* 5 . . . ◎ きわめて良好, ○ 良好, △ やや不良, × 不良

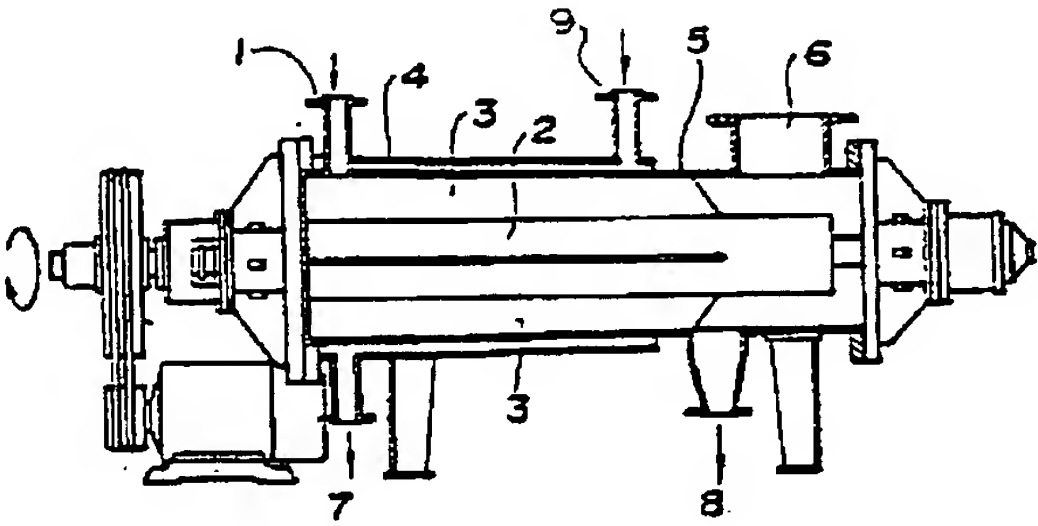


4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の実施例に用いる薄膜蒸発器の断面図である。

- 1 . . . 原液入口, 2 . . . 主軸, 3 . . . 回転翼, 4 . . . ジャケット, 5 . . . 間隙,  
6 . . . 蒸気出口, 7 . . . 熱媒出口,  
8 . . . 濃縮物出口, 9 . . . 熱媒入口

特許出願人 出光石油化学株式会社  
代理人 弁理士 久保田 藤郎



第 1 図

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**